#### From the INTERNATIONAL BUREAU

#### PCT

#### NOTIFICATION CONCERNING SUBMISSION OR TRANSMITTAL OF PRIORITY DOCUMENT

(PCT Administrative Instructions, Section 411)

To:

ONO, Nobuo Mitobe Bldg. 4F 1-13-1, Kandaizumi-cho Chiyoda-ku, Tokyo 101-0024 Japan



A Contract
PRTANT NOTIFICATION
ite (day/month/year) (04.07.03)
nth/year) (05.07.02)

- 1. The applicant is hereby notified of the date of receipt (except where the letters "NR" appear in the right-hand column) by the International Bureau of the priority document(s) relating to the earlier application(s) indicated below. Unless otherwise indicated by an asterisk appearing next to a date of receipt, or by the letters "NR", in the right-hand column, the priority document concerned was submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b).
- 2. This updates and replaces any previously issued notification concerning submission or transmittal of priority documents.
- 3. An asterisk(\*) appearing next to a date of receipt, in the right-hand column, denotes a priority document submitted or transmitted to the International Bureau but not in compliance with Rule 17.1(a) or (b). In such a case, the attention of the applicant is directed to Rule 17.1(c) which provides that no designated Office may disregard the priority claim concerned before giving the applicant an opportunity, upon entry into the national phase, to furnish the priority document within a time limit which is reasonable under the circumstances.
- 4. The letters "NR" appearing in the right-hand column denote a priority document which was not received by the International Bureau or which the applicant did not request the receiving Office to prepare and transmit to the International Bureau, as provided by Rule 17.1(a) or (b), respectively. In such a case, the attention of the applicant is directed to Rule 17.1(c) which provides that no designated Office may disregard the priority claim concerned before giving the applicant an opportunity, upon entry into the national phase, to furnish the priority document within a time limit which is reasonable under the circumstances.

Priority date

Priority application No.

Country or regional Office or PCT receiving Office

Date of receipt of priority document

05 July 2002 (05.07.02)

2002-196852

JP

22 Augu 2003 (22.08.03)

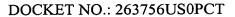
The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland

Authorized officer

Farid ABBOU

Facsimile No. (41-22) 338.90.90

Telephone No. (41-22) 338 8169



#### IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Yukako FUJIWARA SERIAL NO.: NEW U.S. PCT APPLICATION

FILED: HEREWITH

INTERNATIONAL APPLICATION NO.: PCT/JP03/08517

INTERNATIONAL FILING DATE: July 4, 2003

FOR: VESICLE DISPERSION AND COSMETIC CONTAINING THE SAME

## REQUEST FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119 AND THE INTERNATIONAL CONVENTION

Commissioner for Patents Alexandria, Virginia 22313

Sir:

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicant claims as priority:

COUNTRY Japan <u>APPLICATION NO</u> 2002-196852

DAY/MONTH/YEAR

05 July 2002

Certified copies of the corresponding Convention application(s) were submitted to the International Bureau in PCT Application No. PCT/JP03/08517. Receipt of the certified copy(s) by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.

Norman F. Oblon

Registration No. 34,423

Respectfully submitted, OBLON, SPIVAK, McCLELLAND, MAIER & NEUSTADT, P.C.

Customer Number Attorney of Record Registration No. 24,618

22850 Surinder Sachar

(703) 413-3000 Fax No. (703) 413-2220 (OSMMN 08/03)

PCT/JPC3/08517

# 日本国特許庁 JAPAN PATENT OFFICE

04.07.03

REC'D 2 2 AUG 2003

WIPO

POL

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 Date of Application: 2002年 7月 5日

出 願 番 号 Application Number:

特願2002-196852

[ST. 10/C]:

[JP2002-196852]

出 願 人
Applicant(s):

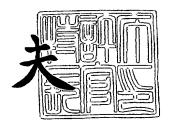
株式会社コーセー

PRIORITY DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

特許庁長官 Commissioner, Japan Patent Office 2003年 8月 7日





【書類名】

特許願

【整理番号】

P0001475

【提出日】

平成14年 7月 5日

【あて先】

特許庁長官殿

【国際特許分類】

A61K 7/00

B01J 13/00

【発明者】

【住所又は居所】

東京都北区栄町48番18号 株式会社コーセー研究本

部内

【氏名】

藤原 由佳子

【特許出願人】

【識別番号】

000145862

【住所又は居所】

東京都中央区日本橋3丁目6番2号

【氏名又は名称】

株式会社コーセー

【代表者】

小林 保清

【手数料の表示】

【予納台帳番号】

054759

【納付金額】

21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】

明細書 1

【物件名】

要約書 1

【プルーフの要否】

要



【発明の名称】 ベシクル分散物及びこれを含有する化粧料

# 【特許請求の範囲】

【請求項1】 次の成分(A)、(B)、(C);

- (A) ショ糖脂肪酸エステル
- (B) スフィンゴシン及び/またはその誘導体
- (C) 水性成分

を構成成分とすることを特徴とするベシクル分散物。

【請求項2】 (A) 成分の一部または全てが親水性のショ糖脂肪酸エステルであることを特徴とする請求項1に記載のベシクル分散物。

【請求項3】 (B) 成分が(A) 成分に対し、 $0.1 \sim 40$  質量%であることを特徴とする請求項1または2に記載のベシクル分散物。

【請求項4】 (B) 成分がセラミドであることを特徴とする請求項 $1 \sim 3$  のいずれかに記載のベシクル分散物。

【請求項5】 (A) 成分のショ糖脂肪酸エステルを構成する脂肪酸の一部が、不飽和脂肪酸であることを特徴とする請求項1~4のいずれかに記載のベシクル分散物。

【請求項 6 】 さらに (D) 成分として、融点が 80  $\mathbb{C}$ 以下の脂肪酸及び/または高級アルコールを含有することを特徴とする請求項  $1\sim 5$  のいずれかに記載のベシクル分散物。

【請求項7】 さらに(E)成分として、(A)成分に対し、0.  $1\sim10$  質量%のステロール類を含有することを特徴とする請求項 $1\sim6$  のいずれかに記載のベシクル分散物。

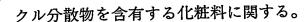
【請求項8】 請求項1~7に記載のベシクル分散物を含有することを特徴とする化粧料。

# 【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】

本発明は保湿効果に優れた成分を安定に含有したベシクル分散物および該ベシ



[0002]

## 【従来の技術】

セラミド等の角質細胞間脂質が、角質層のバリヤー機能に深く関わっていることが明らかにされて以来、これを配合した保湿製剤の開発が試みられていたが、セラミド類は結晶性が高く、安定性の観点から化粧料への配合量には自ずと制約があり、多量に配合できないのが現状であった。従って、セラミドの有する水分保持機能をより効果的に発現するために、セラミドを多量に配合しても安定で、結晶析出等の問題を生じることのない化粧料の開発が望まれていた。そこで、脂質と界面活性剤と油剤との液晶を利用する方法(特開平6-345633号公報)、脂質と界面活性剤を有機溶媒から析出せしめた複合体とする方法(特開平11-199462号公報)あるいはリポソーム(リン脂質二分子膜からなるベシクル)を用いる方法等が検討されてきた。

[0003]

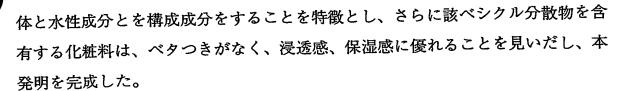
# 【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、セラミド等のスフィンゴシン類は、一般に油剤への溶解性が悪いため、比較的多量の界面活性剤や溶媒類が必要であり、化粧料としての安全性に問題があったり、有機溶媒が不要な化粧料に配合する場合は、複合体を得るために使用した大量の有機溶剤を完全に除去する技術が必要であった。また、リン脂質は一般的に不安定な物質であり、化粧料として長期保存安定性を確保することが難しかった。本発明は、前記従来技術の課題に鑑みなされたものであり、その目的は長期にわたって安定で、保湿効果に優れたベシクル分散物を得ることにある。

[0004]

# 【課題を解決するための手段】

かかる実状において、本発明者が鋭意検討を進めた結果、ショ糖脂肪酸エステル、スフィンゴシン類と水性成分とを構成成分とすることにより、極めて安定なベシクル構造が容易に得られることを見いだした。すなわち、本発明にかかるベシクル分散物は、ショ糖脂肪酸エステル、スフィンゴシン及び/またはその誘導



[0005]

# 【発明の実施の形態】

以下、本発明の構成を詳細に説明する。

本発明のベシクル分散物を構成する(A)成分であるショ糖脂肪酸エステルは、通常化粧料に使用されるものであればいずれのものも使用できる。ショ糖は一分子中に8個の水酸基を持っており、その置換度はいずれのものも使用できるが、中でもモノエステル、ジエステル、トリエステルが好ましく、それらエステル化度の異なるショ糖脂肪酸エステルの混合物であってもよい。また反応する脂肪酸は、炭素数が8~24の飽和または不飽和の、直鎖あるいは分岐を持つものが好ましく、ジエステル以上の場合は、同一でも異なる脂肪酸であってもよいが、中でもパルミチン酸、ステアリン酸、イソステアリン酸、リノレン酸が好ましい。これらのショ糖脂肪酸エステルとしては、例えばショ糖モノステアレート、ショ糖ジイソステアレート、ショ糖ジパルミテート、ショ糖トリリノレート等があげられ、これらの1種または2種以上を用いることができる。

また、長期にわたる安定性を確保するという点において、(A)成分の一部または全てが親水性のショ糖脂肪酸エステルであることが好ましく、さらに、(A)成分のショ糖脂肪酸エステルを構成する脂肪酸の一部が、オレイン酸やリノレン酸等の不飽和脂肪酸であれば、皮膚上で抗酸化剤としてはたらき、老化防止に役立つという点で好ましい。

# [0006]

本発明のベシクル分散物を構成する(B)成分であるスフィンゴシン及び/またはその誘導体としては、スフィンゴシン骨格を持つ物質であればいずれでもよく、例えばフィトスフィンゴシン、セラミド、スフィンゴミエリン、セレブロシド等があげられ、これらの1種または2種以上を用いることができる。

特に、(B)成分がセラミドである場合、高融点であるため通常化粧料への配合が困難であるが、安定配合することが可能になるという点、あるいは皮膚の水

分保持力を増大し、化粧品製剤の保湿効果を高めるという点において好ましい。 化粧品に使用されているセラミドとしては、酵母を利用して生成したセラミド、 化学合成による擬似セラミド、植物から得られたセラミド等があり、例えばセラ ミド1~6があげられるが、中でもセラミド2、セラミド3、セラミド6が好ま しい。

(A) 成分と(B) 成分の構成比は特に限定されないが、保湿効果またはベシクル分散物の安定性の点において、(B) 成分が(A) 成分に対し $0.1\sim40$ 質量%(以下単に「%」と示す)であることが好ましい。

### [0007]

本発明のベシクル分散物を構成する (C) 成分である水性成分としては、水に可溶な成分であればいずれでもよく、例えば、エチルアルコール、イソプロピルアルコール等のアルコール類、プロピレングリコール、1,3ーブチレングリコール、ジプロピレングリコール、ポリエチレングリコール等のグリコール類、グリセリン、ジグリセリン、ポリグリセリン等のグリセロール類、アロエベラ、ウィッチへーゼル、ハマメリス、キュウリ、レモン、ラベンダー、ローズ等の植物抽出液等及び水が挙げられ、これらの1種または2種以上を用いることができるが、水あるいは水との混合物であることが好ましい。

# [0008]

さらに本発明のベシクル分散物の構成成分として(D)成分の脂肪酸及び/または高級アルコールを含有することにより、スフィンゴシン類との相溶性により結晶析出を抑制し、ベシクルの安定性が向上する。(D)成分の脂肪酸及び/または高級アルコールとしては、融点が80℃以下のものであれば飽和または不飽和であっても、分岐または直鎖であってもいずれでもよく、その1種または2種以上を用いることができるが、例えばイソステアリン酸、イソセチルアルコール等の分岐を持つものが好ましい。

## [0009]

さらに本発明のベシクル分散物の構成成分として(E)成分のステロール類を 含有することにより、ベシクルの安定性や皮膚の保湿効果が格段に向上する。( E)成分のステロール類としてはステロール骨格を持つ物質あるいはその誘導体 であればいずれでもよく、例えばコレステロール、フィトステロール、マカデミアンナッツ油脂肪酸コレステリル、ヤシ油脂肪酸コレステリル、N-ラウロイルーL-グルタミン酸ジ(コレステリル・ベヘニル・オクチルドデシル)等があげられ、その1種または2種以上を用いることができるが、中でもコレステロール、フィトステロールが好ましい。また、(E)成分の含有量は(A)成分に対して $0.1\sim10\%$ が好ましく、この範囲であれば、ベシクル分散物の安定性や皮膚の保湿効果をさらに向上させることができる。

### [0010]

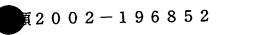
本発明におけるベシクル分散物とは、脂質の多層膜からなる小胞体が水性成分に分散したものであるが、構成成分としては少なくとも(A)~(C)を含有するものであり、ベシクルを形成する主成分である(A)成分及び(B)成分の総量が、ベシクル分散物中0.1~70%であることが好ましい。さらに、ベシクル成分との相互作用により安定性をそこなわない程度で、これら必須成分に加え、(D)成分、(E)成分や後述する通常化粧料に使用されるその他の成分を含有することができ、ベシクルの膜および内部に、脂溶性あるいは水溶性の有効成分を含むことができる。

## [0011]

脂溶性あるいは水溶性の有効成分としては、例えば、コウジ酸、アスコルビン酸及びその誘導体、甘草抽出物等の美白剤、グリチルリチン酸、グリチルレチン酸及びそれらの誘導体、グリチルリチン酸及びその誘導体、アズレン等の抗炎症剤、レチノール、ビタミンA誘導体、塩酸ピリドキシン及びその誘導体、ニコチン酸誘導体、ビタミンE及びその誘導体等のビタミン類、ヒスチジン、アルギニン、セリン等のアミノ酸、ブチルヒドロキシトルエン等の抗酸化剤、などがあげられ、これらの1種または2種以上を用いることができる。

# [0012]

ベシクル分散物の製造方法としては、Tc温度(ゲルー液晶転移温度)以上で、ベシクルを構成する成分を十分水に膨潤させた後、撹拌・混合する方法(特許 3126193号公報)や、有機溶媒を用いて、リン脂質の薄膜を形成させた後、水または水溶液を添加して、例えば超音波照射により微小なリポソームを得る



方法等があるが、本発明のベシクル分散物は除去の必要な有機溶媒を用いなくとも、ジプロピレングリコール等の水溶性溶媒にベシクル成分を溶解し、水相に添加することにより、容易にベシクル分散物を調製でき、通常の撹拌器のみで直径 0.2 μm以下のベシクル分散物を得ることもできる。

### [0013]

本発明のベシクル分散物は、化粧料に配合することができるが、化粧料の形態は特に限定されず、溶液系、可溶化系、乳化系、油性系、粉体系、あるいはそれらの系をあわせ持つ、二層型、三層型等、あらゆる剤型が可能である。また本発明の化粧料はスキンケア化粧料、頭髪化粧料、メーキャップ化粧料とすることができるが、好ましくはスキンケア化粧料である。中でも、保湿効果の発現のために、化粧水、乳液、クリーム等の水性剤型であるとよい。本発明のベシクル分散物の配合量は、各剤型について0.1~100%が好ましい。

## [0014]

本発明の化粧料には、上記の必須成分の他に、通常の化粧料に使用される成分、例えば、水性成分、保湿剤、油剤、界面活性剤、増粘剤、粉体、色素、紫外線吸収剤、被膜形成性剤、p H調整剤、褪色防止剤、酸化防止剤、消泡剤、美容成分、防腐剤、香料、など適宜配合することができる。

# [0015]

具体的には、水性成分としては、(C)成分であげたものに加えて、ソルビトール、マルチトール、ショ糖等の糖類、塩化ナトリウム、塩化マグネシウム、乳酸ナトリウム等の電解質類も用いることができる。

保湿剤としては、タンパク質、ムコ多糖、コラーゲン、エラスチン、ケラチン 等があげられる。

油剤としては、動物油、植物油、合成油等の起源、及び、固形油、半固形油、液体油、揮発性油等の性状を問わず、炭化水素類、油脂類、ロウ類、硬化油類、エステル油類、脂肪酸類、高級アルコール類、シリコーン油類、フッ素系油類、ラノリン誘導体類、油性ゲル化剤類等が挙げられる。具体的には、流動パラフィン、スクワラン、ワセリン、ポリブテン、パラフィンワックス、セレシンワックス、マイクロクリスタリンワックス、ポリエチレンワックス、エチレン・プロピ

レンコポリマー、モンタンワックス、フィッシャートロプシュワックス等の炭化 水素類、モクロウ、オリーブ油、ヒマシ油、ミンク油、マカデミアンナッツ油等 の油脂類、ミツロウ、カルナウバワックス、キャンデリラワックス、ホホバ油、 ゲイロウ等のロウ類、リンゴ酸ジイソステアリル、セチルイソオクタネート、ミ リスチン酸イソプロピル、パルミチン酸イソプロピル、ミリスチン酸オクチルド デシル、トリオクタン酸グリセリル、ジイソステアリン酸ポリグリセリル、トリ イソステアリン酸ジグリセリル、トリベヘン酸グリセリル、ジオクタン酸ネオペ ンチルグリコール、コレステロール脂肪酸エステル等のエステル類、ステアリン 酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、ベヘン酸、イソステアリン酸、オレイン酸等の 脂肪酸類、ステアリルアルコール、セチルアルコール、ラウリルアルコール、オ レイルアルコール、イソステアリルアルコール、ベヘニルアルコール等の高級ア ルコール類、低重合度ジメチルポリシロキサン、高重合度ジメチルポリシロキサ ン、メチルフェニルポリシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、オク タメチルシクロテトラシロキサン、ポリエーテル変性オルガノポリシロキサン、 ポリオキシアルキレン・アルキルメチルポリシロキサン・メチルポリシロキサン 共重合体、アルコキシ変性ポリシロキサン、架橋型オルガノポリシロキサン、フ ッ素変性オルガノポリシロキサン等のシリコーン類、パーフルオロデカン、パー フルオロオクタン、パーフルオロポリエーテル等のフッ素系油剤類、ラノリン、 酢酸ラノリン、ラノリン脂肪酸イソプロピル、ラノリンアルコール等のラノリン 誘導体、デキストリン脂肪酸エステル、蔗糖脂肪酸エステル、12-ヒドロキシ ステアリン酸、デンプン脂肪酸エステル、イソステアリン酸アルミニウム、ステ アリン酸カルシウム等の油性ゲル化剤類等が挙げられる。

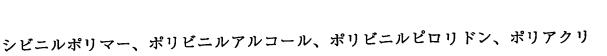
# [0016]

界面活性剤としては、化粧品一般に用いられている界面活性剤であればいずれのものも使用でき、非イオン性界面活性剤、アニオン性界面活性剤、カチオン性界面活性剤、両性界面活性剤等が挙げられる。非イオン界面活性剤としては、例えば、グリセリン脂肪酸エステル及びそのアルキレングリコール付加物、ポリグリセリン脂肪酸エステル及びそのアルキレングリコール付加物、プロピレングリコール脂肪酸エステル及びそのアルキレングリコール付加物、プロピレングリコール脂肪酸エステル及びそのアルキレングリコール付加物、ソルビタン脂肪酸

エステル及びそのアルキレングリコール付加物、ソルビトールの脂肪酸エステル 及びそのアルキレングリコール付加物、ポリアルキレングリコール脂肪酸エステ ル、蔗糖脂肪酸エステル、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル、グリセリン アルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシ エチレン硬化ヒマシ油、ラノリンのアルキレングリコール付加物、ポリオキシア ルキレンアルキル共変性オルガノポリシロキサン、ポリエーテル変性オルガノポ リシロキサン等が挙げられる。アニオン界面活性剤としては、例えば、ステアリ ン酸、ラウリン酸のような脂肪酸の無機及び有機塩、アルキルベンゼン硫酸塩、 アルキルスルホン酸塩、 $\alpha$ ーオレフィンスルホン酸塩、ジアルキルスルホコハク 酸塩、 $\alpha$ ースルホン化脂肪酸塩、アシルメチルタウリン塩、NーメチルーNーア ルキルタウリン塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸塩、ポリオキシエ チレンアルキルフェニルエーテル硫酸塩、アルキル燐酸塩、ポリオキシエチレン アルキルエーテル燐酸塩、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル燐酸塩 、N-アシルアミノ酸塩、N-アシル-N-アルキルアミノ酸塩、o-アルキル 置換リンゴ酸塩、アルキルスルホコハク酸塩等が挙げられる。カチオン界面活性 剤としては、例えば、アルキルアミン塩、ポリアミン及びアルカノールアミン脂 肪酸誘導体、アルキル四級アンモニウム塩、環式四級アンモニウム塩等が挙げら れる。両性界面活性剤としては、アミノ酸タイプやベタインタイプのカルボン酸 型、硫酸エステル型、スルホン酸型、リン酸エステル型のものがあり、人体に対 して安全とされるものが使用できる。例えば、N, N-ジメチル-N-アルキル -N-カルボキシルメチルアンモニウムベタイン、N, N-ジアルキルアミノア ルキレンカルボン酸、N, N-トリアルキル-N-スルフォアルキレンアン モニウムベタイン、N, N-ジアルキル-N, N-ビス (ポリオキシエチレン硫 酸)アンモニウムベタイン、2-アルキル-1-ヒドロキシエチル-1-カルボ キシメチルイミダゾリニウムベタイン、レシチン等が挙げられる。

# [0017]

増粘剤としては、グアーガム、コンドロイチン硫酸ナトリウム、ヒアルロン酸ナトリウム、アラビアガム、アルギン酸ナトリウム、カラギーナン、メチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、カルボキー



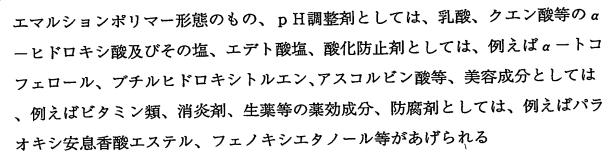
## [0018]

ル酸ナトリウム等の水溶性高分子等が挙げられる。

粉体成分としては、板状、紡錘状、針状、球状等の形状、粒子径、多孔質、無 孔質等の粒子構造等により特に限定されず、無機粉体類、光輝性粉体類、有機粉 体類、色素粉体類、複合粉体類、等が挙げられる。具体的には、コンジョウ、群 青、ベンガラ、黄酸化鉄、黒酸化鉄、酸化チタン、酸化亜鉛、酸化アルミニウム 、酸化セリウム、二酸化珪素、酸化マグネシウム、酸化ジルコニウム、炭酸マグ ネシウム、炭酸カルシウム、酸化クロム、水酸化クロム、カーボンブラック、ケ イ酸アルミニウム、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸アルミニウムマグネシウム、マ イカ、合成マイカ、合成セリサイト、セリサイト、タルク、カオリン、無水ケイ 酸、炭化珪素、硫酸バリウム、ベントナイト、スメクタイト、窒化硼素等の無機 粉体類、オキシ塩化ビスマス、雲母チタン、酸化鉄コーティング雲母、酸化鉄雲 母チタン、有機顔料処理雲母チタン、アルミニウムパウダー等の光輝性粉体類、 ステアリン酸マグネシウム、ステアリン酸亜鉛、N-アシルリジン、ナイロン等 の有機粉体類、有機タール系顔料、有機色素のレーキ顔料等の色素粉体類、微粒 子酸化チタン被覆雲母チタン、微粒子酸化亜鉛被覆雲母チタン、硫酸バリウム被 覆雲母チタン、酸化チタン含有二酸化珪素、酸化亜鉛含有二酸化珪素等の複合粉 体、ポリエチレンテレフタレート・アルミニウム・エポキシ積層末、ポリエチレ ンテレフタレート・ポリオレフィン積層フィルム末、ポリエチレンテレフタレー ト・ポリメチルメタクリレート積層フィルム末等があげられ、これらを1種又は 2種以上を用いることができる。また、これら粉体は1種又は2種以上の複合化 したものを用いても良く、フッ素化合物、シリコーン系油剤、金属石ケン、ロウ 、界面活性剤、油脂、炭化水素等を用いて公知の方法により表面処理を施したも のであっても良い。

# [0019]

紫外線吸収剤としては、例えばベンゾフェノン系、PABA系、ケイ皮酸系、サリチル酸系、4-tert-ブチルー4'-メトキシジベンゾイルメタン、オキシベンゾン等、被膜形成剤としては(メタ)アクリル酸アルキル共重合体等の



[0020]

#### 【実施例】

以下、実施例をあげて本発明をさらに詳細に説明する。これらによって本発明 の技術的範囲が限定されるものではない。

[0021]

実施例1~4、比較例1

#### (製造方法)

実施例1:ベシクル分散物1

セラミド (\*1) 0.1 gとイソステアリン酸 0.1 gを秤量し、90℃で加熱混合した後、0.5 gのショ糖脂肪酸エステル (\*2) を分散したジプロピレングリコール4 gを加え、70℃で均一に混合した。これを70℃の精製水10 gに添加し、攪拌分散した後、冷却することにより、ベシクル分散物1 ((B) 成分が (A) 成分に対し20%) を得た。

\*1 セラミド2

\*2 DKエステル S-160 (第一工業製薬社製)

実施例2:ベシクル分散物2

セラミド (\*3) 0.01 gとイソステアリン酸 0.1 gを秤量し、90℃で加熱混合した後、0.5 gのショ糖脂肪酸エステル (\*2) を分散したジプロピレングリコール4 gを加え、70℃で均一に混合した。これを70℃の精製水10 gに添加し、攪拌分散した後、冷却することにより、ベシクル分散物 2 ((B) 成分が (A) 成分に対し2%)を得た。

\*3 セラミド3

実施例3:ベシクル分散物3

セラミド (\*1) 0.2 gとイソステアリン酸 0.1 gを秤量し、90℃で加

熱混合した後、0.5gのショ糖脂肪酸エステル(\*2)を分散したジプロピレングリコール4gを加え、70℃で均一に混合した。これを70℃の精製水10gに添加し、攪拌分散した後、冷却することにより、ベシクル分散物3((B)成分が(A)成分に対し40%)を得た。

実施例4:ベシクル分散物4

セラミド(\*1)0.005gとフィトステロール0.005gとイソステアリン酸0.1gを秤量し、90 $^{\circ}$ で加熱混合した後、0.5gのショ糖脂肪酸エステル(\*2)を分散したジプロピレングリコール4gを加え、70 $^{\circ}$ で均一に混合した。これを70 $^{\circ}$ の精製水10gに添加し、攪拌分散した後、冷却することにより、ベシクル分散物4((B)成分が(A)成分に対し1%)を得た。

比較例1:ベシクル分散物5

イソステアリン酸 0.1gとショ糖脂肪酸エステル(\* 2)0.5gを、ジプロピレングリコール 4gを加えて 70 で均一に混合した。これを精製水 5gに添加し、攪拌分散することにより、ベシクル分散物 5を得た。

[0022]

得られたベシクル分散物について、下記の方法により分散安定性と保湿効果の 評価を行い判定した。その結果を表1に示す。

[0023]

(評価方法)

a. 分散安定性

各試料を40℃の恒温槽に1ヵ月放置した後、結晶物の析出および濁度の変化を、次に示す判定基準により目視で判断した。

(判定)

◎:全く認められない。

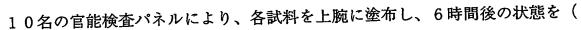
○:ほとんど認められない。

△: やや認められる。

×:明らかに認められる。(沈澱又はクリーミングが認められる)

[0024]

b. 保湿効果



- 1) 絶対評価基準を用いて7段階に評価し、各試料ごとの評点の平均値を(2)
- 4段階判定基準を用いて判定した。

# (1) 絶対評価基準

(評点) : (評価)

6:非常に良い

5:良い

4:やや良い

3:普通

2:やや悪い

1:悪い

0:非常に悪い

(2) 4段階判定基準

5点を超える :非常に良好:◎

3点を超えて5点以下:良好 :○

2点を超えて3点以下:やや不良 :△

2点以下

:不良 :×

[0025]

## 【表1】

		実施例			比較例
評価項目及び	1	2	3	4	1
判定結果	<ul><li>へごシグル</li><li>分散物1</li></ul>	^・シクル 分散物2	へ`シクル 分散物3	ベシクル 分散物4	ヘシクル 分散物5
a.分散安定性	0	0	0	0	Δ
b.保湿効果	0	0	0	0	Δ

#### [0026]

実施例5~7および比較例2~3 化粧水

表 2 に示す組成の化粧水を調製し、分散安定性、保湿効果、ベタつきのなさ、 においのなさ、について下記の方法により評価を行い判定した。その結果を併せ て表2に示す。



### 【表2】

(%)

	実施例 比較例				
No. 成分	5	6	7	2	3
1 本発明のヘングル分散物1	15	5	30	_	_
2 参考例1のリホ・ソーム	-	_		15	
3 参考例2の乳化物	-	-	-	_	15
4 1,3-フ・チレンク・リコール	6	6	6	6	6
5 グリセリン	5	5	5	5	5
6 クエン酸	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
7 クエン酸ナトリウム	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
8 精製水	残量	残量	残量	残量	残量
9 POE(30)ペヘニルエーテル	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
10 パラオキシ安息香酸メチル	適量	適量	適量	適量	適量
11 エチルアルコール	8	8	8	8	8
12 香料	適量	適量	適量	適量	適量
評価項目及び判定結果					
a. 分散安定性	0	0	0	Δ	×
b. 保湿効果	0	0	0	0	<u> </u>
c. べタつきのなさ	0	0	0	Δ	0
d. においの変化	0	0	0	×	0

## [0028]

## (製造方法)

実施例5~7:ベシクル化粧水

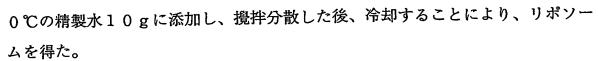
表 2 に示される成分  $1\sim 8$  を混合溶解し、これに成分  $9\sim 1$  2 を混合溶解したものを添加して攪拌し、ベシクル化粧水を得た。

比較例2:リポソーム化粧水

表 2 に示される成分  $1\sim 8$  を混合溶解し、これに成分  $9\sim 1$  2 を混合溶解したものを添加して攪拌し、リポソーム化粧水を得た。

参考例1;リポソーム

セラミド (\*1) 0. 1 gとイソステアリン酸 0. 0 5 gとコレステロール 0. 0 5 gを秤量し、90 $^{\circ}$ で加熱混合した後、0. 5 gのリン脂質(\*4)を分散したジプロピレングリコール 4 gを加え、70 $^{\circ}$ で均一に混合した。これを 7



\*4 卵黄レシチン PL-100P (キューピー社製)

比較例3:乳化化粧水

表 2 に示される成分  $1\sim 8$  を混合溶解し、これに成分  $9\sim 1$  2 を混合溶解したものを添加して攪拌し、乳化化粧水を得た。

参考例2;乳化物

セラミド(\*1)0.1 gとイソステアリン酸 0.1 gを秤量し、90℃で加熱混合した後、0.5 gのポリオキシエチレン(60 E.O.)硬化ヒマシ油を分散したジプロピレングリコール4 gを加え、70℃で均一に混合した。これを70℃の精製水10 gに添加し、攪拌分散した後、冷却することにより、乳化物を得た。

[0029]

(評価項目)

- a. 分散安定性
- b. 保湿効果
- c. ベタつきのなさ
- d. においの変化

(評価方法)

- a. の項目については、前記 a. 分散安定性の評価方法を用いて判定した。
- b、cの項目については、各試料について実際に顔に塗布し、前記b.保湿効果の評価方法と判断基準を用いて判定した。
- d. におい判定

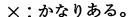
各試料を40℃の恒温槽に1ヵ月放置した後、室温に戻し、ビン口でのにおいの変化を室温保管品と比較し、次に示す判定基準により判断した。

(判定)

◎:ほとんどない。

〇:少しある。

△:ある。



実施例5~7のベシクル化粧水は、保湿効果と使用感に優れ、分散安定性も良好な化粧水であった。また、実施例5~7で用いた本発明のベシクル分散物1に代えて、ベシクル分散物2~4を用いたところ、分散安定性、保湿効果、ベタつきのなさ、においの変化の全ての点において良好なものが得られた。一方、比較例2のリポソーム化粧水はベタつきのなさ、及び経時における匂いの変化において、また、比較例3の乳化化粧水は分散安定性、保湿効果において、劣るものであった。

## [0030]

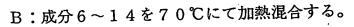
実施例8:クリーム

(製造方法)

August 1	
(成分)	(%)
1. ステアリン酸	1. 5
2. セトステアリルアルコール	3. 0
3. グリセリルモノステアレート	1. 5
4. スクワラン	20.0
5. ワセリン	5. 0
6. グリセリン	7. 0
7. 1, 3ーブチレングリコール	5. 0
8. 本発明のベシクル分散物 * 5	30.0
9. 乳酸ソーダ	1. 0
10. キサンタンガム	0.05
11. 防腐剤	適量
12. 水酸化カリウム	0.05
13. EDTA-2Na	0.02
14. 精製水	残 量
15. 香料	適量
*5 ベシクル分散物1~4をそれぞれ用いた。	

A:成分1~5、15を70℃にて加熱混合する。

出証特2003-3063237



C:AにBを添加して攪拌し、これを冷却してクリームを得た。

実施例8のクリームは、ベシクル分散物1~4のいずれのものを用いた場合も

、保湿感に優れ、安定性も良好であった。

[0031]

### 実施例9:乳液

(成分)	(%)
1. スクワラン	3. 0
2. シリコン	1. 0
3. ポリオキシエチレン (60) 硬化ヒマシ油	1. 5
4. セトステアリルアルコール	0.3
5. 本発明のベシクル分散物 * 5	15.0
6. ジプロピレングリコール	7. 0
7. グリセリン	5. 0
8. アクリル酸メタクリル酸アルキル共重合体	0.1
9. 防腐剤	適量
10.水酸化ナトリウム	0.03
11. EDTA-2Na	0.02
12.香料	適量
13. 精製水	残量

### (製造方法)

A:成分1~7を70℃にて加熱混合する。

B:成分8~13を70℃にて加熱混合する。

C:BにAを添加して攪拌し、これを冷却して乳液を得た。

実施例9の乳液は、ベシクル分散物1~4のいずれのものを用いた場合も、保 湿感に優れ、安定性も良好であった。

[0032]

実施例10:アイスティッククリーム

(成分)

1. キャンデリラワックス	3.0
2. ポリエチレンワックス	6.0
3. マイクロクリスタリンワックス	2.5
4. セレシンワックス	6. 0
5. パラフィン	10.0
6. トリイソオクタン酸グリセリル	10.0
7. 流動パラフィン	残 量
8. 煙霧状シリカ	1. 0
9. グリセリン	3. 0
10. 本発明のベシクル分散物 *5	5. 0
/ 無1 / 中· 十 / 十 / 1	

# (製造方法)

A:1~7を100℃にて均一溶解する。

B:Aに8~10を加え、均一に混合分散する。

C:Bをスティック容器に流し込み、冷却固化してアイスティッククリームを得た。

実施例10のアイスティッククリームは、どのベシクル分散物を用いた場合も、保湿感に優れ、安定性も良好であった。

## [0033]

# 実施例11:スティック状口紅

54 <b>.</b> 2.	(01)
(成分)	(%)
1. エチレンプロピレンコポリマー	5. 0
2. ポリエチレンワックス	5. 0
3. キャンデリラワックス	7. 0
4. 酢酸液状ラノリン	10.0
5. トリイソステアリン酸ジグリセリル	残 量
6. ジイソステアリン酸ジグリセリル	3.0
7. ポリブテン (分子量700)	10.0
8. 流動パラフィン	5. 0
9. 本発明のベシクル分散物 * 6	0.5

10.	本発明のベシクル分散物 *7	0.	3
11.	赤色202号	0.	1
12.	黄色4号アルミニウムレーキ	1.	5
13.	酸化チタン	2.	0
14.	黒酸化鉄	0.	2
15.	煙霧状シリカ	3.	0
16.	ビタミンE	0.	5
17.	香料	適	量

\*6 ベシクル分散物  $1 \sim 4$  の精製水をそれぞれ 5 g にした他は、ベシクル分散物 1 と同様の方法で調製したベシクル

\*7 セレブロシド 0.1 gとセチルアルコール 0.1 gを秤量し、70 ℃で加熱混合した後、ショ糖イソステアリン酸エステル(親水性) 0.4 gショ糖リノール酸エステル(親油性) 0.1 gとグリセリン 4 gを加え、70 ℃で均一に混合した。これを70 ℃の精製水 5 gに添加し、攪拌分散した後、冷却することによりベシクル分散物を得た。

## (製法)

A:成分1~8を均一に加熱溶解する。

B:Aに成分9~16を均一に混合する。

C:Bを型に溶融充填し、冷却してスティック状口紅を得た。

実施例11のスティック状口紅は、\*7のベシクル分散物とベシクル分散物1~4のいずれのものを組み合わせて使用した場合も、べたつきのなさ、保湿感といった点で優れたものであり、特に肌あたりが滑らかなものであった。

# [0034]

# 実施例12:美容液

(成分)				(%	)
1.	本発明のベシクル分散物	* 8	4	0.	0
2.	本発明のベシクル分散物	* 9	3	0.	0
3.	エチルアルコール			3.	0
1	ゲリヤリン			3.	0

5. ヒアルロン酸ナトリウム

10.0

6. 精製水

残 量

7. 香料

適量

\*8 ベシクル分散物  $1 \sim 4$  のセラミドに代えて、スフィンゴミエリンを用い、ジプロピレングリコールを半量にした他は、ベシクル分散物  $1 \sim 4$  と同様の方法で調製したベシクル

\*9 セラミド (\*1) 0.1 gとイソステアリン酸 0.1 gを秤量し、90  $\mathbb{C}$ で加熱混合した後、ショ糖脂肪酸エステル (\*2) 0.4 gを分散したジプロピレングリコール4 gとショ糖リノレン酸エステル 0.1 g、ビタミンE 0.0  $\mathbb{C}$  5 gを加え、 $\mathbb{C}$  7 0  $\mathbb{C}$  で均一に混合した。これを、ヒスチジン 0.1 gを溶解した 7 0  $\mathbb{C}$  の精製水 1 0 gに添加し、攪拌分散した後、冷却することによりベシクル分散物を得た。

### (製法)

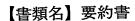
A:成分1~7を均一に混合する。

実施例12の美容液は、\*9のベシクル分散物と\*8の4種のベシクル分散物のいずれのものを組み合わせて使用した場合も、保湿感に優れ、安定性も良好であった。

# [0035]

# 【発明の効果】

以上説明したように、本発明のベシクル分散物および化粧料は、ショ糖脂肪酸エステル、スフィンゴシン類、水性成分とを配合することにより、安定で保湿効果の高いものを容易に形成する。



### 【要約】

【課題】 保湿効果に優れた成分を安定に含有したベシクル分散物、および、該ベシクル分散物を含有し、ベタつきがなく、浸透感、保湿感に優れ、安定性も良好な化粧料に関する。

【解決手段】 ショ糖脂肪酸エステル、スフィンゴシン類と水性成分とを構成成分とするベシクル分散物および該ベシクル分散物を含有する化粧料を提供するものである。

【選択図】なし

# 特願2002-196852

## 出願人履歴情報

識別番号

[000145862]

1. 変更年月日 [変更理由] 住 所 氏 名 1991年 8月23日 名称変更 東京都中央区日本橋3丁目6番2号 株式会社コーセー